

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭60-108481

⑫ Int.Cl.

C 09 D 11/00
C 09 B 31/072
II B 41 M 5/00

識別記号

101
CLA

庁内整理番号

7342-4J
7433-4H
7381-2H

⑬ 公開 昭和60年(1985)6月13日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全 12 頁)

⑭ 発明の名称 ナフタレンジスアゾ系染料含有記録液

⑮ 特願 昭58-216664

⑯ 出願 昭58(1983)11月17日

⑰ 発明者 太田 徳也 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
⑱ 発明者 小林 正恒 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
⑲ 発明者 三浦 近衛 横浜市緑区鴨志田町1000番地 三菱化成工業株式会社総合
研究所内
⑳ 発明者 滝本 浩 横浜市緑区鴨志田町1000番地 三菱化成工業株式会社総合
研究所内
㉑ 出願人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
㉒ 出願人 三菱化成工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号
㉓ 代理人 弁理士 長谷川 一 外1名

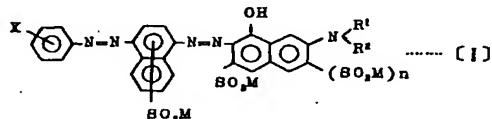
明細書

1. 発明の名称

ナフタレンジスアゾ系染料含有記録液

2. 特許請求の範囲

(1) 記録像を形成する成分である記録剤及びこの記録剤を溶解又は分散する為の液媒体を含む記録液に於いて、記録剤として下記一般式 [I]



(式中、Xは炭素数1~4のアルキルカルボニルアミノ基、アリルカルボニルアミノ基、炭素数1~4のアルキルスルホニルアミノ基、アリルスルホニルアミノ基、炭素数1~4のアルキル基で置換されていてもよいカルボンアミド基、炭素数1~4のアルキル基で置換されていてもよいスルホンアミド基または

-SO₃Mの基を表わし、R¹は水素原子、炭素数1~4のアルキル基、炭素数2~4のアルキルカルボニル基、炭素数1~4のアルキルスルホニル基、アリルスルホニル基または-OH, SO₃Mの基を表わし、R²は水素原子または炭素数1~4のアルキル基を表わす。但し、Xが-SO₃Mの基のときR¹およびR²は同時に水素原子をとらない。Mはアルカリ金属、アンモニウムまたはアミン類を表わし、ロは0または1を表わす)で示される染料を含有することを特徴とするナフタレンジスアゾ系染料含有記録液。

(2) 一般式 [I] で示されるナフタレンジスアゾ系染料が、記録液全重量に対して0.1~20重量パーセントの範囲で含有されている特許請求の範囲第1項記載のナフタレンジスアゾ系染料含有記録液。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ブラック色のナフタレンジスアゾ系染料を含有する記録液に関する。詳しくは、

本発明は、新規な記録液、特に記録ヘッドに設けられた微細な吐出口（吐出オリフィス）から吐出させ、液滴として飛翔させて記録を行なう記録方式に適した記録液に関する。

従来から紙等の被記録材に記録を行なう筆記具（万年筆・フェルトペン等）には、インクとして各種の染料を水またはその他の有機溶剤に溶解せしめたものが使用されている。

またビエゾ振動子による振動或いは高電圧印加による静電引力等により、記録ヘッド内の液体（インクと称される液滴（droplet））を吐出オリフィスから吐出飛翔させて記録を行なう所謂インクジェット記録方法が知られているが、これにも、各種染料を水又は有機溶剤等に溶解した記録液が使用されている。しかし一般の万年筆、フェルトペン等の文具用インクに比べるとインクジェット用記録液は、多くの特性で一層厳密な条件が要求される。

斯かる記録液は、記録剤（染料又は顔料が用いられる）及びこれを溶解又は分散する液体

特開昭60-108481(2)

（水又は各種有機溶剤或いはこれらの混合物が用いられる）を基本的成分として、又必要に応じて各種添加剤が添加されている。

この種の記録液の好ましい条件としては

- (1) 吐出条件（圧電素子の駆動電圧、駆動周波数、オリフィスの形状と材質、オリフィス径等）にマッチングした液物性（粘度、表面張力、導電度等）を有していること。
- (2) 長期保存に対して安定で目詰まりを起さないこと。
- (3) 被記録材（紙、フィルム等）に対して定着が速くドットの周辺が滑らかでにじみの小さいこと。
- (4) 印字された画像の色調が鮮明で濃度が高いこと。
- (5) 印字された画像の耐水性・耐光性が優れていること。
- (6) 記録液が周辺材料（容器、連続チューブ、シール材等）を侵さないこと。
- (7) 噴気、毒性、引火性等の安全性に優れた

- 3 -

ものであること

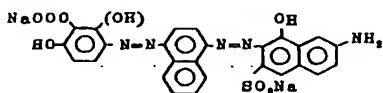
等が挙げられるが、これらの諸特性を同時に満足することは相当に困難である。

また、斯かる目的の記録に適用する記録液は基本的に染料とその溶媒とから組成されるものである。上記の記録液特性は染料固有の性質に左右されるところが大きい。従つて、記録液が上記特性を具備するように染料を選択することは斯かる技術分野に於てきわめて重要な技術である。

従来、この種の記録液として例えば特公昭50-5941号、特公昭51-40484号、特公昭52-13136号、特公昭52-13137号、特開昭50-95005号の各公報に示される様に各種染料、顔料を水系または非水系溶媒に溶解或いは分散させたものが知られており、ブラック色の染料として下記(1)～(4)の染料が用いられている。

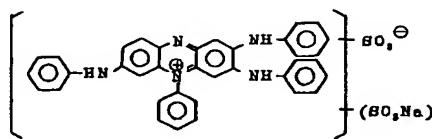
- 4 -

(1)



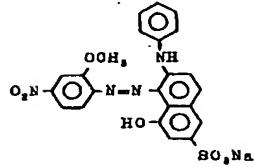
[C.I. ダイレクト・ブラック-51 (C.I. 27720)]

(2)



[C.I. アシッドブラック-2 (C.I. 50420)]

(3)



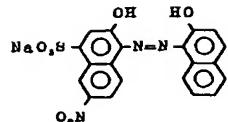
[C.I. アシッドブラック-3 (C.I. 17580)]

- 5 -

-620-

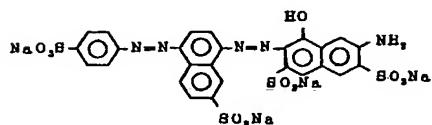
- 6 -

(2) クロム錯塩



[O.I. アシッド ブラック-52 (O.I. 15711)]

また、ブラック色のナフタレンジスアゾ系染料としては、下記構造式



[O.I. フードブラック-2 (O.I. 22755)]

で示される染料が知られている。

本発明は、上記(1)～(5)の特性を同時に満足するような記録液の提供をその目的とするものである。

即ち、本発明は、記録像を形成する成分であ

- 7 -

る。但し、 X が $-\text{SO}_3\text{M}$ の基のとき R^1 および R^2 は同時に水素原子をとらない。 M はアルカリ金属、アンモニウムまたはアミン類を表わし、 M は(または N を表わす)で示される染料を含有することを特徴とするナフタレンジスアゾ系染料含有記録液をその要旨とするものである。

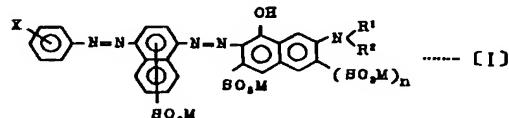
以下、本発明について詳しく説明する。

前記式(1)中、 X および M におけるアリル基としては、例えば、フェニル基、パラトルイル基等が挙げられ、 M におけるアルカリ金属としては、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム等が挙げられ、アミン類としては、例えば、トリエタノールアミン等が挙げられる。

また、式(1)中、 X としては、炭素数1～4のアルキルカルボニルアミノ基のうち、アセチルアミノ基、プロピオニル基、アリルカルボニルアミノ基、特に、ベンゾイルアミノ基が好ましく、さらに $-\text{SO}_3\text{M}$ の基が好ましい。 R^1 としては水素原子、炭素数1～4のアルキル基、炭素数2～4のアルキルカルボニル基または

特開昭60-108481(3)

る記録剤及びこの記録剤を溶解又は分散する為の液媒体を含む記録液について、記録剤として下記一般式(1)



(式中、 X は炭素数1～4のアルキルカルボニルアミノ基、アリルカルボニルアミノ基、炭素数1～4のアルキルスルホニルアミノ基、アリルスルホニルアミノ基、炭素数1～4のアルキル基で置換されていてもよいカルボンアミド基、炭素数1～4のアルキル基で置換されていてもよいスルホンアミド基または $-\text{SO}_3\text{M}$ の基を表わし、 R^1 は水素原子、炭素数1～4のアルキル基、炭素数2～4のアルキルカルボニル基、炭素数1～4のアルキルスルホニル基または $-\text{O}\text{H}_2\text{SO}_3\text{M}$ の基を表わし、 R^2 は水素原子または炭素数1～4のアルキル基を

- 8 -

$-\text{O}\text{H}_2\text{SO}_3\text{M}$ 基が好ましく、 M としてはアルカリ金属が好ましい。

本発明に係る染料の具体例としては、以下第1表に示すものを挙げることができる。

特開昭60-108481(4)

| <i>A</i> | 構造式 | 最大吸収長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})(\text{nm})$ |
|----------|-----|--|
| 7 | | 555 |
| 8 | | 559 |
| 9 | | 557 |

- 13 -

第 / 表

| <i>A</i> | 構造式 | 最大吸収長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})(\text{nm})$ |
|----------|-----|--|
| 1 | | 554 |
| 2 | | 579 |
| 3 | | 592 |

| <i>A</i> | 構造式 | 最大吸収長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})(\text{nm})$ |
|----------|-----|--|
| 10 | | 555 |
| 11 | | 557 |
| 12 | | 554 |

- 14 -

| A | 構 造 式 | 最大吸収波長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})$ (nm) |
|------------|-------|---|
| 13 | | 592 |
| 14 | | 590 |
| 15 | | 596 |

- 17 -

| A | 構 造 式 | 最大吸収波長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})$ (nm) |
|------------|-------|---|
| 16 | | 595 |
| 17 | | 595 |
| 18 | | 594 |

- 15 -

| A | 構 造 式 | 最大吸収波長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})$ (nm) |
|------------|-------|---|
| 19 | | 590 |
| 20 | | 590 |
| 21 | | 590 |

- 18 -

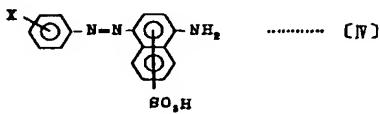
| A | 構 造 式 | 最大吸収波長 $\lambda_{\text{max}}(\text{水})$ (nm) |
|------------|-------|---|
| 22 | | 590 |
| 23 | | 590 |
| 24 | | 596 |

- 623 -

- 16 -

| 式 番 号 | 最大吸収波長 λ_{max} (nm) | 593 | 566 |
|-------------|---------------------------------------|-----|-----|
| | | | |
| 46 | 593 | 25 | 26 |

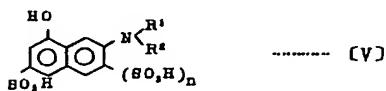
- 19 -



(式中 X は前記内容を表わす)

で表わされるモノアゾ化合物を得る。

このモノアゾ化合物を同様に塩酸、硫酸等の鉱酸中で亜硝酸ソーダ等を用いてジアゾ化した後下記一般式[V]

(式中 R¹、R² 及び n は前記内容を表わす)

で表わされるナフトール類とカップリングする事によつて容易に得られる。

本発明の記録液中、染料の含有量は、液媒体成分の種類、記録液に要求される特性等に依存して決定されるが、一般には記録液全重量に対

特開昭60-108481(6)

本発明の染料は例えば細田 量著「新染料化学」(昭和45年1月21日発行)技報堂、第392頁第27行～第395頁第19行等の記載に準じて以下の方法で製造することができる。

下記一般式 [I]



(式中 X は前記内容を表わす)

で表わされるアミン類を塩酸、硫酸等の鉱酸中で亜硝酸ソーダ等を用いてジアゾ化した後、下記一般式 [II]



で表わされるアミン類とカップリングさせて下記一般式 [IV]

- 20 -

して、重量パーセントで0.1～20%、好ましくは0.5～15%、より好ましくは1～10%の範囲とされる。酸染料はもちろん単独で若しくは2種以上を組合わせて、あるいは酸染料を必須成分としてこの他に他の直接染料、酸性染料などの各種染料を併用して使用することができる。

本発明の記録液を組成するための液媒体成分としては、水あるいは水と水溶性の各種有機溶剤との混合物が使用される。水溶性の有機溶剤としては、メチルアルコール、エチルアルコール、ローブロビルアルコール、イソブロビルアルコール、n-ブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアルコール、イソブチルアルコール等の炭素数1～4のアルキルアルコール類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド類；アセトン、ジアセトンアルコール等のケトン又はケトンアルコール類；テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；N-メチル-2-ピロリドン、

- 21 -

-624-

- 22 -

特開昭60-108481(7)

1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の含
塩素複素環式ケトン類；ポリエチレングリコール、
ポリブロビレングリコール等のポリアルキ
レングリコール類；エチレングリコール、ブロ
ビレングリコール、ブチレングリコール、トリ
エチレングリコール、1,2,6-ヘキサントリオ
ール、チオジクリコール、ヘキシレングリコ
ール、ジエチレングリコール等のアルキレン基が
3～6個の炭素原子を含むアルキレングリコ
ール類；グリセリン；エチレングリコールメチル
エーテル、ジエチレングリコールメチル（又は
エチル）エーテル、トリエチレングリコールモ
ノメチル（又はエチル）エーテル等の多価アル
コールの低級アルキルエーテル類等があげられ
る。

記録液中の上記水溶性有機溶剤の含有量は、
一般には記録液全重量に対して重量パーセント
で5～25%，好ましくは10～20%，より
好ましくは20～50%の範囲とされる。

この時の水の含有量は、上記溶剤成分の種類、

その組成或いは所望される記録液の特性に依存
して広い範囲で決定されるが、記録液全重量に
対して一般に10～20%、好ましくは10～
20%，より好ましくは20～70%の範囲内
とされる。

本発明の記録液の製造法としては、特に困難
な処理を必要とせず、必要成分を通常の方法に
より混合すればよい。

本発明の記録液は、それ自体で記録特性（信
号応答性、液滴形成の安定性、吐出安定性、長
時間の連続記録性、長期間の記録休止後の吐出
安定性）、保存安定性、被記録材への定着性、
或いは記録画像の耐光性、耐候性、耐水性等い
ずれもバランスのとれた優れたものであるが、
この様な特性を更に改良する為に、従来から知
られている各種添加剤を更に添加含有せしめて
も良い。

例えば、ポリビニルアルコール、セルロース
類、水溶性樹脂等の粘度調整剤；カチオン系、
アニオン系或いはノニオン系の各種界面活性剤。

- 23 -

ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等
の表面張力調整剤；緩衝液によるpH調整剤、
防カビ剤等を挙げることができる。

又、記録液を帶電するタイプのインクジェット
記録方法に使用される記録液を調合する為には
塩化リチウム、塩化アンモニウム、塩化ナト
リウム等の無機塩類等の比抵抗調整剤が添加さ
れる。

尚、熱エネルギーの作用によって記録液を吐
出させるタイプのインクジェット方式に適用す
る場合には、熱的な物性値（例えば、比熱、熱
膨張係数、熱伝導率等）が調整されることもある。

本発明によれば、粘度、表面張力等の物性値
が適正範囲内にあり、微細な吐出オリフィスを
目つまりさせず、充分に高い濃度の記録画像を
与え、保存中に物性値変化あるいは固形分の析
出を生じることなく、被記録材の種類を制限せ
ずに種々の部材に記録が行え、定着速度が大き
く、耐水性、耐光性、耐摩耗性および解像度の

- 24 -

すぐれた画像を与える記録液が得られる。

以下、インクジェット記録法について説明す
る。

インクジェット記録法には、液滴の発生方法及
び液滴の飛翔方向の制御方法によつて、種々の
方式がある。その一例を第1図に示す。

即ち第1図の装置はピエゾ振動子を有する記
録ヘッド部に記録信号を与え、該信号に応じて
記録液の液滴を発生させて記録を行なうもので
ある。第1図において、1は記録ヘッドで、ピ
エゾ振動子2と、振動板3と、記録液の流入口
4、ヘッド内の液室5及び吐出口（吐出オリフィ
ス）6を有している。液室5内には貯蔵タン
クル7に貯えられた記録液7が、供給管8によつ
て導入されている。尚、供給管8の途中には場
合によつて、ポンプ或いはフィルター等の中間
処理手段9が設けられることもある。そしてピ
エゾ振動子2には、信号処理手段（例えばバ
ルス変換器）10によつて記録信号日からバル
スに変換された信号が印加され、該信号に応じ

- 25 -

-625-

- 26 -

て液室 α 内の記録液に圧力変化が生ずる。その結果、記録液 α は吐出オリフィス β から液滴 γ となつて吐出飛翔し、被記録材 δ の表面に記録が行なわれる。

又、上記の装置以外にも種々のタイプの装置が知られており、例えば、第2図に示す様に、第1図の変形例として液室 α をノズル状にし、その外周部に円筒状のピエゾ振動子を設置した装置がある（この装置に於ける液滴の発生の機構は、本質的に第1図に示した装置と同じである）。又、帯電した液滴を連続的に発生させ該液滴の一部を記録に使用する装置、或いは又、記録ヘッドの室内の記録液に記録信号に対応した熱エネルギーを与え、該エネルギーにより液滴を発生させる装置等も知られている。

その1例を第3-1図、第3-2図、第4図に示す。

ヘッド α はインクを通す溝 β を有するガラス、セラミック、又はプラスチック板等と、感熱記録に用いられる感熱ヘッド γ （図では

特開昭60-108481(8)

薄膜ヘッドが示されているが、これに限定されるものではない）とを接着して得られる。感熱ヘッド γ は酸化シリコン等で形成される保護膜 δ 、アルミニウム電極 ϵ 、 η 、 ζ 、ニクロム等で形成される感熱抵抗体層 θ 、蓄熱層 ι 、アルミナ等の放熱性の良い基板 κ より成っている。

インク α は吐出オリフィス κ まで来ており、圧力 Δ によりメニスカス λ を形成している。

今、電極 ϵ 、 η に電気信号が加わると、感熱ヘッド γ の θ で示される領域が急激に発熱し、ここに接しているインク α に気泡が発生し、その圧力でメニスカス λ が突出し、インク α が吐出しうるオリフィス κ より記録小滴 μ となり、被記録材 δ に向つて飛翔する。第4図には第3-1図に示すヘッドを多数並べたマルチヘッドの外観図を示す。該マルチヘッドはマルチ溝 β を有するガラス板 κ と、第3-1図に説明したものと同様な感熱ヘ

- 27 -

ッド γ を接着してつくられている。

なお、第3-2図は、インク流路に沿つたヘッド α の断面図であり、第3-1図は第3-1図のA-B線での切断面である。

以下、本発明を実施例で更に詳細に説明するが、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

実施例1

| | |
|----------------|------|
| ジエチレングリコール | 259 |
| 第1染色の染料 | 49 |
| イオン交換水（以後水と略す） | 残量 |
| 計 | 1009 |

上記の各成分を容器の中で充分混合溶解し、孔径 1μ のテフロンフィルターで加圧 Δ 過したのち、真空ポンプを用いて脱気処理し記録液とした。得られた記録液を用いて、ピエゾ振動子によつて記録液を吐出させるオンデマンド型記録ヘッド（吐出オリフィス径 5.0μ 、ピエゾ振動子駆動電圧 $4.0V$ 、周波数 $4.0Hz$ ）を有する記録装置により、下記の (T_1) ～ (T_6) の検討を

- 28 -

行なつたところ、いずれも良好な結果を得た。

(T_1) 記録液の長期保存性：記録液をガラス容器に密閉し、 $-30^{\circ}C$ と $60^{\circ}C$ で 6 ヶ月間保存したのちでも不溶分の析出は認められず、液の物性や色調にも変化がなかつた。

(T_2) 吐出安定性：室温、 $20^{\circ}C$ 、 $40^{\circ}C$ の雰囲気中でそれぞれ 24 時間の連続吐出を行なつたが、いずれの条件でも終始安定した高品質の記録が行なえた。

(T_3) 吐出応答性： 2 秒毎の間欠吐出と 2 ヶ月間放置後の吐出について調べたが、いずれの場合もオリフィス先端での目詰りがなく安定で均一に記録された。

(T_4) 記録画像の品質：記録された画像は濃度が高く鮮明であつた。室内光に 3 ヶ月さらしたのちの濃度の低下率は 10% 以下であり、また、水中に 1 分間浸した場合、画像のにじみはきわめてわずかであつた。

(T_5) 各種被記録材に対する定着性：下表に記載の被記録材で印字 1μ 秒後印字部を指でこす

り画像ずれ及びニジミの有無を判定した。いずれも画像ずれ及びニジミ等がなく優れた定着性を示した。

| 被記録材名 | 分類 | メーカー |
|--------|--------|-------------|
| 銀 球 | 上質紙 | 山陽国策バルブ株式会社 |
| セブンスター | * | 北越製紙株式会社 |
| 白 牡 丹 | 中質紙 | 本州製紙株式会社 |
| 東洋汎紙名 | ノンサイズ紙 | 東洋汎紙株式会社 |

実施例2

| | |
|--------------|------|
| ジメチル-ユーピロリドン | 159 |
| ジエチレンクリコール | 199 |
| 第1表名の染料 | 49 |
| 水 | 残量 |
| 計 | 1009 |

実施例1と同様にして上記の組成の記録液を調製し、記録ヘッド内の記録液に熱エネルギーを与えて液滴を発生させ記録を行なうオンデマンドタイプのマルチヘッド(吐出オリフィス径3.5μ、発熱抵抗体抵抗値150Ω、駆動電圧30V、周波数2KHz)を有する記録装置を用いて実施例1と同様に(T₁)～(T₆)の検討を行なつたが、全ての検討実験に於て優れた結果を得た。

-31-

実施例3

| | |
|------------|------|
| ジエチレンクリコール | 369 |
| 第1表名の染料 | 49 |
| 水 | 残量 |
| 計 | 1009 |

実施例1と同様にして上記の組成の記録液を調製し、記録ヘッド内の記録液に熱エネルギーを与えて液滴を発生させ記録を行なうオンデマンドタイプのマルチヘッド(吐出オリフィス径3.5μ、発熱抵抗体抵抗値150Ω、駆動電圧30V、周波数2KHz)を有する記録装置を用いて実施例1と同様に(T₁)～(T₆)の検討を行なつたが、全ての検討実験に於て優れた結果を得た。

実施例4

| | |
|---------------------|-----|
| ジエチレンクリコールモノメチルエーテル | 309 |
| 第1表名の染料 | 49 |

特開昭60-108481(9)

を与えて液滴を発生させ記録を行なうオンデマンドタイプのマルチヘッド(吐出オリフィス径3.5μ、発熱抵抗体抵抗値150Ω、駆動電圧30V、周波数2KHz)を有する記録装置を用いて実施例1と同様に(T₁)～(T₆)の検討を行なつたが、全ての検討実験に於て優れた結果を得た。

実施例5

| | |
|---------------------|-----|
| エチレンクリコール | 209 |
| 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン | 309 |
| 第1表名の染料 | 49 |
| 水 | 残量 |

計 1009

実施例1と同様にして上記の組成の記録液を調製し、記録ヘッド内の記録液に熱エネルギーを与えて液滴を発生させ記録を行なうオンデマンドタイプのマルチヘッド(吐出オリフィス径3.5μ、発熱抵抗体抵抗値150Ω、駆動電圧30V、周波数2KHz)を有する記録装置を用いて実施例1と同様に(T₁)～(T₆)の検討を行なつたが、全ての検討実験に於て優れた結果を得た。

-32-

| | |
|---|------|
| 水 | 残量 |
| 計 | 1009 |

実施例1と同様にして上記の組成の記録液を調製し、記録ヘッド内の記録液に熱エネルギーを与えて液滴を発生させ記録を行なうオンデマンドタイプのマルチヘッド(吐出オリフィス径3.5μ、発熱抵抗体抵抗値150Ω、駆動電圧30V、周波数2KHz)を有する記録装置を用いて実施例1と同様に(T₁)～(T₆)の検討を行なつたが、全ての検討実験に於て優れた結果を得た。

実施例6～10

下記第2表の実施例6～10に示す組成の記録液を実施例1と同様な方法で調合した。これら等の組成物をブルトペンに充填し、中質紙(白牡丹：本州製紙)に筆記して耐水性及びキャップをはずして24時間放置後の筆記性を調べた。

本実施例の記録液は耐水性及び放置後の筆記性共に優れていた。

-33-

-627-

-34-

特開昭60-108481(10)

第2表

| 実施例の番号 | 配液の成分 | (g) |
|--------|--------------------|-----|
| 6 | ジエチレングリコール | 25 |
| | 第1表6/7の染料 | 4 |
| | 水 | 残量 |
| | 計 | 100 |
| 7 | エチレングリコール | 20 |
| | ヒメチル-2-ビロリドン | 30 |
| | 第1表6/20の染料 | 5 |
| | 水 | 残量 |
| 8 | エチレングリコールモノメチルエーテル | 35 |
| | 第1表6/22の染料 | 5 |
| | 水 | 残量 |
| | 計 | 100 |

| 実施例の番号 | 記録液の成分 | (g) |
|--------|--------------------|-----|
| 9 | ジエチレングリコール | 20 |
| | 第1表6/4の染料 | 4 |
| | 水 | 残量 |
| 10 | 計 | 100 |
| | ヒメチル-2-ビロリドン | 15 |
| | エチレングリコールモノメチルエーテル | 20 |
| | 第1表6/3の染料 | 5 |
| | 水 | 残量 |
| | 計 | 100 |

尚、実施例6に於いて染料化合物6/1~6/24、6/5、6/6、6/7、6/8、6/10、6/11、6/12、6/14、6/15、6/16、6/18、6/19、6/21、6/23、6/25及び6/26を用いたがいずれも良好な結果を得た。

参考例1

〔第1表6/3の染料の合成〕

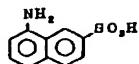
(1) 第1ジアゾ液の製造

-36-

スルフアニル酸6/7.3gを3%塩酸3.46mlに加え3時間攪拌して均一なスラリーとした。これに水200mlを加えてまでに冷却した。このスラリー中に、水2.3mlに亜硝酸ソーダ6/3gを溶解した水溶液を加えた。次いで3℃で1時間攪拌してジアゾ化した後、スルフアミン酸3gを加えて残存する亜硝酸ソーダを消去し第1ジアゾ液を得た。

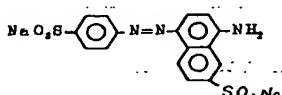
(2) 第2ジアゾ液の製造

1,4クレープ酸



2.2.3gを水450mlに加え3時間攪拌して均一なスラリーとした。これに氷300g、前記(1)で得られた第1ジアゾ液及び2.5%カ性ソーダ10mlを加え、温度0~3℃、pH2~3にて15時間攪拌してカップリングを行つた後、食塩300gを加えて塩析を行つた。析出したモノアゾ化合物を沪過した後、

1.0%食塩水500mlで洗浄し、乾燥してモノアゾ化合物



3.4.6gを得た。得られたモノアゾ化合物20.4gを5%塩酸410mlに加え3時間攪拌して均一なスラリーとした後、氷300gを加えてまでに冷却した。このスラリー中に、水3.5mlに亜硝酸ソーダ3.5gを溶解した水溶液を加えた。次いで3℃にて4時間攪拌してジアゾ化した後スルフアミン酸1gを加えて残存する亜硝酸ソーダを消去し第2ジアゾ液を得た。

(3) カップリング

1-ヒドロキシ-1-ブチルアミノ-1-ナフタリン-3,6-ジスルホン酸15.5gを水460mlに加えた後、これに氷500g、前記(2)で得られた第2ジアゾ液及び2.5%カ性

-37-

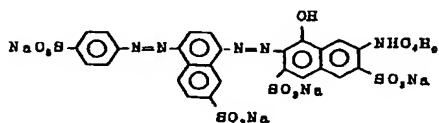
-628-

-38-

特開昭60-108481(11)

ソーダ水素を加えて pH 8～10、温度 2～5°C でカップリングを行つた。

同温度、同 pH にて 5 時間攪拌した後食塩 25.0 g を加えて色素を塩析した。析出した色素を汎過した後 10% 食塩水 300 ml で洗浄しウエットケーキ 21.0 g を得た。このウエットケーキを脱塩処理した後乾燥して目的の染料

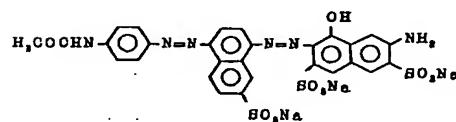


32.5 g を得た。収率は 75.5% であつた。

元素分析の結果は次のとおりであつた。

| | C | H | N |
|--------|------|-----|-----|
| 計算値(%) | 43.4 | 2.6 | 5.4 |
| 分析値(%) | 43.1 | 3.0 | 5.7 |

- 39 -



32.5 g を得た。収率は 75.0% であつた。

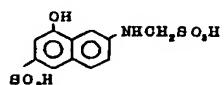
元素分析の結果は、次のとおりであつた。

| | C | H | N |
|--------|------|-----|------|
| 計算値(%) | 44.0 | 2.5 | 11.0 |
| 分析値(%) | 43.8 | 2.4 | 11.2 |

参考例 3

[第 1 装置の染料の合成]

参考例 2 の(1)～(2)の方法で得られた第 2 ジアゾ液を用い、2-ヒドロキシ-4-スルホン酸-2-ナフチルアミノメタンスルホン酸



参考例 2

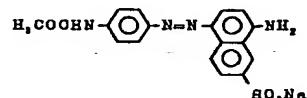
[第 1 装置の染料の合成]

(1) 第 1 ジアゾ液の製造

スルファンニル酸の代わりに 4-アミノ-4-セトアニリド 15.0 g を用いる以外は、参考例 1 の(1)の方法に従つて第 1 ジアゾ液を得た。

(2) 第 2 ジアゾ液の製造

上記(1)で得られた第 1 ジアゾ液を用いる以外は、参考例 1 の(2)の方法に従つて、下記モノアゾ化合物



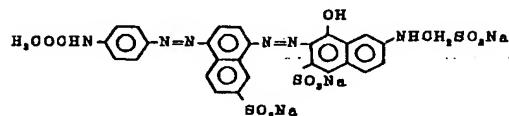
のジアゾ液(第 2)を得た。

(3) カップリング

2-ヒドロキシ-2-アミノナフタリン-3,6-ジスルホン酸 16.0 g を用いる以外は、参考例 1 の(3)の方法に従つて、目的の染料

- 40 -

16.7 g を用いる以外は、参考例 1 の(3)の方法に従つて目的の染料



28.6 g を得た。収率は 75.5% であつた。

元素分析の結果は、次のとおりであつた。

| | C | H | N |
|--------|------|-----|------|
| 計算値(%) | 43.8 | 2.6 | 10.6 |
| 分析値(%) | 43.9 | 2.4 | 10.3 |

図面の簡単な説明

第 1 図及び第 2 図は夫々、インクジェット記録装置の模式図である。

第 3-a 図、第 3-b 図は別の記録装置の要部縦断面図および同横断面図である。

第 4 図は第 3-a 図、第 3-b 図に図示した

ヘッドをマルチ化したヘッドの外観斜視図である。

但し、図において

1 … 記録ヘッド、 2 a … ピエゾ振動子、 2 b … 振動板、 3 … 流入口、 4 … 液室、 5 … 吐出オリフィス、 6 … 貯蔵タンク、 7 … 記録液、 8 … 供給管、 9 … 中間処理手段、 10 … 信号処理手段、 11 … 液滴、 12、 25 … 被記録材、 8 … 記録信号、 14 … 液室、 15 … 発熱ヘッド、 16 … 保熱層、 17 … 電磁、 18 … 発熱抵抗体層、 19 … 喰熱層、 20 … 基板、 26 … 溝である。

特許出願人 キヤノン株式会社
　　ほか／名
代理人 井理士 長谷川 一
　　ほか／名

- 43 -

第三圖

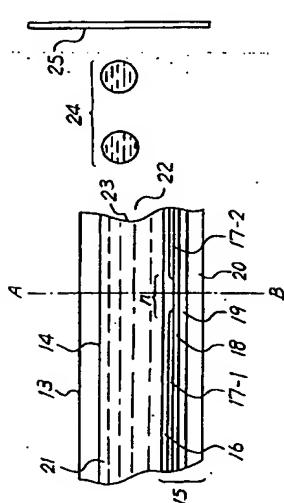
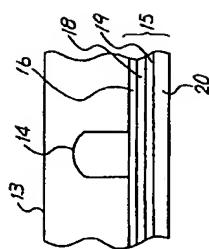
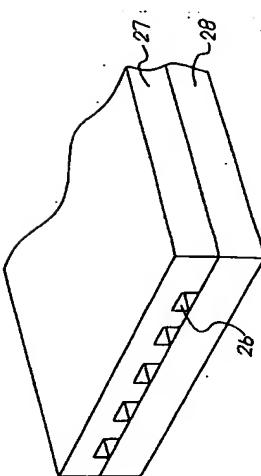


圖 3-6 爲

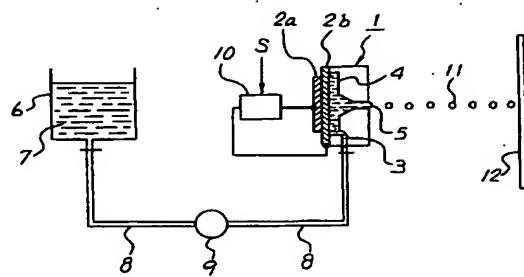


四
七
八

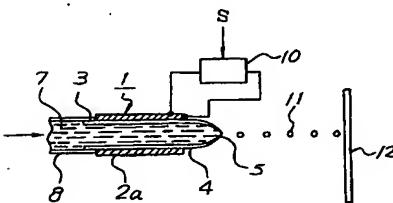


特閔昭60-108481(12)

第 1 四



第 2 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.